



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 334 769**

51 Int. Cl.:

A61K 8/86 (2006.01)

A61Q 1/04 (2006.01)

A61Q 11/00 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01989613 .3**

96 Fecha de presentación : **21.12.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1345569**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.09.2003**

54 Título: **Preparados cosméticos y aplicaciones que contienen ceras de polietileno con características organolépticas mejoradas.**

30 Prioridad: **22.12.2000 DE 100 64 799**
22.12.2000 DE 100 64 800

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2010

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Wittkowski, Lars;**
Zeitz, Katrin;
Weber, Wilhelm y
Deckers, Andreas

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Preparados cosméticos y aplicaciones que contienen ceras de polietileno con características organolépticas mejoradas.

La presente invención comprende preparados cosméticos y aplicaciones que contienen ceras de polietileno, con características organolépticas mejoradas, obtenidas por (co)polimerización de etileno en condiciones de alta presión, utilizando una cetona alifática o alicíclica como regulador del peso molecular, así como un procedimiento para la obtención de preparados cosméticos y aplicaciones con características organolépticas mejoradas. Además, la presente invención comprende la utilización de ceras de polietileno con características organolépticas mejoradas para preparados cosméticos y aplicaciones, por ejemplo, para cosmética decorativa, cuidado e higiene cosméticos así como preparados farmacéuticos o artículos de higiene. La presente invención comprende, especialmente, ceras de polietileno micronizadas; obtenidas por (co) polimerización de etileno en condiciones de alta presión, utilizando una cetona alifática o alicíclica como regulador del peso molecular y posterior micronización, así como su aplicación en preparados cosméticos y como portadores para dentífricos.

Las ceras de polietileno se utilizan en numerosos productos cosméticos. Las ceras por utilizar deben cumplir con exigencias elevadas en lo que respecta a sus características organolépticas. Por ejemplo, las ceras no pueden emanar olores desagradables, porque de lo contrario no se podrían comercializar en preparados cosméticos. Por el mismo motivo deben presentar un sabor neutro. Además, deben presentar buenas cualidades de procesamiento. Finalmente, deben ser económicamente ventajosas, es decir, deben poder ser realizadas de manera simple y contar con un rendimiento elevado. Los parámetros clave son el peso molecular medio, la distribución del peso molecular y, especialmente, el ancho de la distribución del peso molecular, así como las proporciones de peso molecular elevado y bajo, eventualmente, los comonomeros incorporados, la longitud y la distribución así como la distribución de las ramificaciones así como impurezas del polímero, por ejemplo, por oligómeros volátiles, monómeros restantes así como productos de descomposición de catalizadores o iniciadores de radicales y reguladores del peso molecular.

Estos parámetros clave son especialmente importantes en aplicaciones en las que las ceras de polietileno se utilizan en forma micronizada. Por ceras de polietileno micronizadas se entiende, en adelante, tales ceras que por molienda o rociado han sido llevadas a la morfología adecuada, es decir, cera en polvo con un diámetro máximo de partículas de 100 μm . Una nueva aplicación para ceras de polietileno químicamente bastante inertes son los dentífricos, en los que pueden reemplazar, como material portante, al silicagel agregado usualmente, ya que son menos abrasivas. Precisamente en dentífricos modernos frecuentemente se recurre a ceras de polietileno como portadores, en lugar de silicagel o carbonato de calcio, porque los dentífricos que presentan ceras de polietileno tienen una acción notablemente menos abrasiva y, por ello, el esmalte de los dientes no es afectado de manera tan intensa, incluso en el caso de un lavado frecuente, como ocurre en el caso del uso de silicagel.

En la memoria US 4 534 963 se publican preparados cosméticos que contienen ceras de polietileno micronizadas en una proporción de 0,1 a 15% en peso como sustancia aglutinante.

Las ceras de polietileno pueden obtenerse con diferentes procedimientos, divididos, a grandes rasgos, en procesos de baja presión, realizados a 20 a 100 bar, y procesos de alta presión, realizados a 500 a 4000 bar. El proceso de alta presión es un procedimiento de polimerización radical que generalmente puede ser realizado sin catalizador (véase, por ejemplo: Ullmann's Enyclopädie der technischen Chemie (Enciclopedia Ullman de la química técnica) *, 4ª edición, palabras clave: ceras, tomo 24, página 36 y siguientes, Editorial Thieme, Stuttgart, 1977). Para iniciar la reacción radical en cadena se utilizan, en la mayoría de los casos, uno o múltiples peróxidos orgánicos, por ejemplo, las marcas Trigonox® o Perkadox® de Akzo Nobel, o aire o el oxígeno atmosférico. El iniciador radical más barato y por ello más difundido es el aire o el oxígeno atmosférico.

Para ajustar el peso molecular adecuado se utilizan las sustancias denominadas reguladores del peso molecular o, de manera abreviada, reguladores. En el caso de la aplicación de una sustancia como regulador se debe tener en cuenta que sea lo suficientemente eficiente, porque la dosificación de reguladores en cantidades muy grandes es poco económica.

Un regulador utilizado frecuentemente es el hidrógeno que, sin embargo, puede provocar la formación de gas oxhídrico si se utiliza aire u oxígeno atmosférico como iniciador radical y, por ello, genera preocupación por motivos de seguridad técnica.

Otros reguladores frecuentemente utilizados son el monóxido de carbono CO y los alcanos, por ejemplo, etano o propano. El monóxido de carbono es muy tóxico, de modo que se precisan medidas de seguridad costosas durante su uso. Los reguladores gaseosos como el etano y el propano también requieren de reglas de seguridad estrictas.

Los aldehídos frecuentemente utilizados, por ejemplo propionaldehído, producen ceras con un olor característico desagradable y como componentes de uso cosmético, por ejemplo, lápiz de labios, sombras o rouge sólo son adecuados tras costosos procesamiento. Incluso tras un tratamiento intensivo con vapor de agua se pueden descubrir un olor débil pero desagradable.

ES 2 334 769 T3

Ya se conoce la utilización de cetonas como reguladores del peso molecular durante la obtención de LDPE. En la memoria EP-A 0 928 797 se propone un procedimiento utilizando metiletilcetona como regulador, mediante la cual se obtiene un LDPE, adecuado para los productos de extrusión, por ejemplo, para folios con una buena resistencia a la perforación, pero no para ceras.

En la memoria DE-A 1 908 964 se publica un procedimiento a través del cual se pueden obtener productos de homopolimerización de etileno en un procedimiento de alta presión. Es característico en el procedimiento descrito la utilización de un iniciador radical peroxídico en la primera zona de reacción y aire en la segunda. Como regulador se recomiendan el propionaldehído o la metiletilcetona. Se obtiene un polietileno de alto peso molecular, especialmente adecuado para la fabricación de folios finos de elevada transparencia o folios de embalaje resistentes.

En la memoria US 3 334 081 se describe un procedimiento de polimerización de alta presión con una conversión elevada, basada en el suministro de etileno en, al menos, dos puntos diferentes del reactor. Como iniciador radical se recomienda una gran cantidad de peróxidos orgánicos y como regulador, una gran cantidad de compuestos orgánicos, preferentemente, cetonas, por ejemplo, metiletilcetona. La desventaja del procedimiento descrito es, sin embargo, el elevado costo de inversión, basado en los numerosos puntos de dosificación que deben ser acondicionados todos de manera extremadamente estable a la presión y herméticos. Por ello, el costo de inversión para una instalación de polimerización es muy elevado.

En la memoria US 3 317 504 se describe un procedimiento para la obtención de polietileno, adecuado para la obtención de películas, que requiere de una conducción especial de temperatura y la utilización de reguladores especiales del peso molecular, por ejemplo, metiletilcetona. Sin embargo, en ninguno de los dos parámetros de procedimiento publicados se obtienen ceras.

En la patente rumana RO 75 587 (prioridad 18/04/1979, de CA 96:200372s) se describe la obtención de tipos de LDPE inodoros. Como regulador se utiliza una mezcla de metilvinilcetona con propano, etano y CO, para iniciar la reacción, una mezcla de diferentes peróxidos orgánicos. Sin embargo, la utilización de CO es desventajosa debido al elevado grado de toxicidad, porque los tubos y la salida del reactor deben ser asegurados especialmente contra escapes de CO.

En principio, las ceras de polietileno también se pueden obtener en el proceso de baja presión. Para ello se requiere, en general, un catalizador, por ejemplo, un catalizador Ziegler-Natta, como en US 3 129 211, o un catalizador metalocénico como en EP-A 0 890 619. Las características organolépticas de ceras de polietileno micronizadas obtenidas en un proceso de baja presión, sin embargo, deben ser mejoradas para la utilización como preparados cosméticos.

El objetivo es presentar ceras de polietileno en forma micronizada o no micronizada para la utilización en productos cosméticos, preparados cosméticos o dentífricos, que

- sean económicos en su elaboración,
- no requieran la aplicación de reguladores externos explosivos como hidrógeno, o reguladores de elevada toxicidad como monóxido de carbono,
- presenten características organolépticas buenas, es decir, sean inodoros e insípidos,
- puedan ser procesados fácilmente
- y se adecuen a la obtención de preparados cosméticos.

Se descubrió que los objetivos se alcanzan utilizando ceras de polietileno obtenidas con cetonas especiales.

Las ceras de polietileno se obtienen por polimerización o copolimerización de etileno en autoclaves de alta presión o en reactores de tubos. Los autoclaves de alta presión se conocen en los modos de ejecución denominados compactos o largos. Los reactores de tubos conocidos (Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie (Enciclopedia de la química técnica Ullmann), tomo 19, página 169 y 173 y siguientes (1980), Editorial Chemie Weinheim, Deerfield Beach, Basel así como Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie (Enciclopedia de la química técnica Ullmann), 4ª edición, palabras clave: ceras, tomo 24, página 36 y siguientes, Editorial Thieme, Stuttgart, 1977) se caracteriza por la manipulación simple y el mantenimiento reducido y son ventajosos respecto de los autoclaves compactos. La polimerización, o copolimerización, se lleva a cabo, usualmente, a presiones de 400 a 4000 bar, preferentemente, de 500 a 5000 bar y de modo especialmente preferido, de 1000 a 3500 bar.

La temperatura de reacción es de 180 a 350°C, preferentemente, de 200 a 320°C.

También se pueden obtener copolimerizados con etileno, en ese caso, son adecuados, en principio, todas las olefinas copolimerizables con etileno como comonómeros. Se prefieren

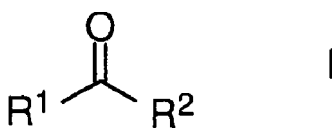
- 1-olefinas como propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno y 1-deceno,

ES 2 334 769 T3

- acrilatos como ácido acrílico, metiléster de ácido acrílico, etiléster de ácido acrílico, ácido n-butiléster acrílico, ácido 2-etilhexiléster acrílico o ácido tert.-butiléster acrílico;
- ácido metacrílico, metiléster de ácido metacrílico, etiléster de ácido metacrílico, ácido n-butiléster metacrílico o ácido tert.-butiléster metacrílico;
- vinilcarboxilatos, siendo especialmente preferido el acetato de vinilo.
- ácidos dicarboxílicos insaturado, se prefiere especialmente el ácido maleico,
- derivados del ácido dicarboxílico insaturado, de modo especialmente preferido, el anhídrido de ácido maleico y las alquilimidas de ácido maleico, por ejemplo, metilimida de ácido maleico.

La proporción de comonómeros es de, como máximo, 50% en mol, preferentemente, como máximo, 20% en mol.

Se descubrió que las ceras de polietileno descritas con características organolépticas mejoradas pueden obtenerse de la mejor manera cuando durante la polimerización se toma como regulador una o múltiples cetonas alifáticas o alicíclicas de la fórmula general I.



En ella, los radicales R^1 y R^2 son iguales o diferentes, seleccionados entre

- alquilo C_6 - C_{10} , como, metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec.-butilo, tert.-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, sec.-pentilo, neo-pentilo, 1,2-dimetilpropilo, iso-amilo, n-hexilo, iso-hexilo, sec.-hexilo; de modo especialmente preferido, alquilo C_1 - C_4 como metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec.-butilo y tert.-butilo;
- cicloalquilo C_3 - C_{12} como ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, cicloheptilo, ciclooctilo, ciclononilo, ciclodecilo, cicloundecilo y ciclododecilo; se prefieren el ciclopentilo, ciclohexilo y cicloheptilo;

En otro modo de ejecución, los radicales R^1 y R^2 están unidos entre sí de manera covalente. R^1 y R^2 pueden ser, conjuntamente, por ejemplo: $-(CH_2)_4-$, $-(CH_2)_5-$, $-(CH_2)_6-$, $-(CH_2)_7-$, $-CH(CH_3)-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-$ o $-CH(CH_3)-CH_2-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-$.

Ejemplos preferidos son la acetona, metiletilcetona "MEK", metilisobutilcetona "MIBK", 2-pentanona, 3-pentanona o ciclopentanona, ciclohexanona o cicloheptanona. Los ejemplos especialmente preferidos son acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona y ciclohexanona; de manera especialmente preferida, metiletilcetona y, sobre todo, ciclohexanona. En estas condiciones se puede prescindir de la utilización de CO, etano y propano como reguladores.

Tras la obtención, la cera obtenida en instalaciones a escala industrial, usualmente, como granulado, grano o polvo, puede ser utilizada directamente en las aplicaciones cosméticas correspondientes.

Las ceras de polietileno descritas presentan una densidad de 0,8 a 1,0 g/cm³, preferentemente, de 0,90 a 0,96 g/cm³ y de modo especialmente preferido, de 0,93 a 0,95 g/cm³, medido a 23°C. Las viscosidades de fusión se encuentran en el rango de 20 a 20000 cSt, preferentemente, en el rango de 800 a 2000 cSt, medido a 120°C, esto corresponde a un peso molecular Mw de, como máximo, 40.000 g, preferentemente, como máximo, 10.000 g y de modo especialmente preferido, como máximo, 7500 g. La distribución del peso molecular se halla en el rango de 2 a 10. Los puntos de fusión se encuentran en el rango de 60 a 125°C, preferentemente, de 80 a 120°C.

Las ceras muestran cualidades organolépticas muy buenas, sobre todo, poseen sabor y olor neutros. Esto es sorprendente, porque tanto las cetonas, utilizadas, especialmente, la metiletilcetona, como así también los dímeros, trímeros y productos similares obtenidos en condiciones de alta presión presentan un aroma propio característico y de ninguna manera agradable.

La medición de las características organolépticas se puede realizarse con aparatos, por ejemplo, por cromatografía de gases o termogravimetría diferencial, asimismo, se determina, por aparatología de medición conectada en serie, la cantidad y el tipo de compuestos volátiles de escape. Son muy significativos los ensayos de grupos de probandos.

Gracias a las características organolépticas muy buenas, las ceras descritas son muy adecuadas para preparados y aplicaciones de la cosmética decorativa, seleccionados entre lápices de labios, polvos para el rostro, rubor, sombras, lápices de ojos, bases, preparados de maquillaje, máscara de pestañas y delineadores para cejas. Un objeto de la presente invención es, por ello, la utilización de las ceras de polietileno descritas para preparados y aplicaciones de

la cosmética decorativa, seleccionados entre lápices de labios, polvos para el rostro, rubor, sombras, lápices de ojos, bases, preparados de maquillaje, máscara de pestañas y delineadores para cejas.

Otro objeto de la presente invención es la utilización de las ceras descritas para preparados cosméticos para el cuidado y la higiene, seleccionados entre lociones de limpieza, cremas para manos, pastas para lavar manos, productos de higiene para la piel, productos para la higiene íntima, productos para la higiene de pies, productos de protección solar, repelentes, productos para el afeitado, productos para eliminar vello, productos antiacné, maquillaje, productos para el cuidado de uñas, lápices delineadores, jabones, syndets, preparados líquidos para el lavado, la ducha y el baño, cremas frías (cold creams), productos para el cuidado de la piel, jabones exfoliantes, exfoliantes para rostro, manos o pies, exfoliantes para el cuerpo, geles y lociones.

Las ceras de polietileno descritas se pueden confeccionar de manera excelente y, gracias a ello, ser llevadas a la forma de aplicación necesaria para la implementación. Por ejemplo, se pueden obtener diferentes tamaños de grano, por ejemplo, por rociado.

Además, las ceras pueden ser granuladas en modos diversos. Los métodos de granulación de las ceras de polietileno son conocidos. Las ceras descritas se pueden granular muy bien.

Para la obtención de los preparados mencionados anteriormente, de la cosmética decorativa, así como para el cuidado y la higiene cosmética, y los preparados farmacéuticos o artículos de higiene, por ejemplo, de productos para la incontinencia, se procede según los procedimientos conocidos, con los que está familiarizado en especialista. No deben modificarse respecto del estado actual de la técnica.

Otro objeto de la presente invención son los preparados y aplicaciones de la cosmética decorativa, seleccionados entre lápices de labios, polvos para el rostro, rubor, sombras, lápices de ojos, bases, preparados de maquillaje, máscara de pestañas y delineadores para cejas, que contienen las ceras de polietileno descritas con muy buenas características organolépticas.

Otro objeto de la presente invención son los preparados y aplicaciones cosméticos para el cuidado y la higiene, seleccionados entre lociones de limpieza, cremas para manos, pastas para lavar manos, productos de higiene para la piel, productos para la higiene íntima, productos para la higiene de pies, productos de protección solar, repelentes, productos para el afeitado, productos para eliminar vello, productos antiacné, maquillaje, productos para el cuidado de uñas, lápices delineadores, jabones, syndets, preparados líquidos para el lavado, la ducha y el baño, cremas frías (cold creams), productos para el cuidado de la piel, jabones exfoliantes, exfoliantes para rostro, manos o pies, exfoliantes para el cuerpo, geles y lociones que contienen las ceras de polietileno descritas con muy buenas características organolépticas.

Los preparados cosméticos y aplicaciones acordes a la invención pueden ser, por ejemplo, una solución, un preparado sin agua, una emulsión o microemulsión del tipo agua en aceite o del tipo aceite en agua, una emulsión múltiple, por ejemplo, del tipo agua en aceite en agua, un gel, una barra sólida, una pomada, un aerosol o también un sistema acuoso o un preparado con tensioactivos para la limpieza de la piel y/o el cabello. Contienen las ceras descritas en una proporción de 0,5 a 20% en peso.

Adicionalmente a las ceras de polietileno descritas, los preparados cosméticos y aplicaciones acordes a la invención pueden contener: Sustancias activas, por ejemplo, filtros UV, perfumes y aromatizantes, emulsionantes, tensioactivos, materiales portantes sólidos, por ejemplo, tiza, otras ceras, por ejemplo, cera de abejas o cera de carnauba, vitaminas, bases o ácidos, alcoholes y agua. A su vez, puede ser ventajoso, para diferentes preparados, utilizar múltiples diferentes emulsionantes, sustancias activas, tensioactivos, materiales portantes sólidos, perfumes y aromatizantes, ceras, bases o ácidos, vitaminas o alcoholes.

La obtención de los preparados cosméticos y aplicaciones acordes a la invención se lleva a cabo a través de métodos conocidos. Se prefiere mezclar los componentes por agitación. La mezcla puede llevarse a cabo de modo que todos los componentes requeridos se mezclen en un solo paso o, sucesivamente, en múltiples pasos. A su vez, se puede trabajar a temperatura ambiente o también a temperaturas elevadas, hasta llegar al punto de fusión de las ceras de polietileno descritas. Para algunos preparados, por ejemplo, lápices de labios, se prefiere la mezcla a temperaturas por encima del punto de fusión de las ceras de polietileno. Como mayor temperatura adecuada para mezclar los componentes, mencionaremos 150°C. Durante la fabricación de aquellas aplicaciones para las cuales se necesita una forma esférica de ceras de polietileno, la mezcla se lleva a cabo a temperaturas por debajo del punto de fusión de las ceras de polietileno.

Un modo de ejecución especial de la presente invención son las ceras de polietileno micronizadas con características organolépticas mejoradas, así como un procedimiento para la obtención de ceras de polietileno micronizadas. Tras la polimerización, en instalaciones a escala industrial usualmente se microniza en un paso posterior la cera obtenida en grano. Para la micronización pueden utilizarse molinos, por ejemplo, molinos de chorro de aire. Pero las ceras también pueden ser disueltas o fundidas u ser rociadas en una torre de rociado. Gracias a la micronización, la cera se obtiene como un denominado micropolvo o producto micronizado, asimismo, el diámetro del núcleo no supera los 100 μm (valor medio), preferentemente, los 50 μm y de modo especialmente preferido, 30 μm .

ES 2 334 769 T3

Las ceras de polietileno micronizadas presentan una densidad de 0,8 a 1,0 g/cm³, preferentemente, de 0,90 a 0,96 g/cm³ y de modo especialmente preferido, de 0,93 a 0,95 g/cm³, medido a 23°C. Las viscosidades de fusión se encuentran en el rango de 20 a 20000 cSt, preferentemente, en el rango de 800 a 2000 cSt, medido a 120°C, esto corresponde a un peso molecular Mw de, como máximo, 40.000 g, preferentemente, como máximo, 10.000 g y de modo especialmente preferido, como máximo, 7500 g. La distribución del peso molecular se halla en el rango de 2 a 10. Los puntos de fusión se encuentran en el rango de 60 a 125°C, preferentemente, de 80 a 120°C. El diámetro máximo de partículas es, tras la micronización, alcanzada por rociado o molido, es de, como máximo, 30 µm.

Tanto antes como así también tras la micronización, las ceras muestran cualidades organolépticas muy buenas, sobre todo, poseen sabor y olor neutros. Esto es sorprendente porque tanto las cetonas, utilizadas, especialmente, la metiletilcetona, como así también los dímeros, trímeros y productos similares obtenidos en condiciones de alta presión presentan un aroma propio característico y de ninguna manera agradable.

La medición de las características organolépticas se puede realizarse con aparatos, por ejemplo, por cromatografía de gases o termogravimetría diferencial, asimismo, se determina, por aparatología de medición conectada en serie la cantidad y el tipo de compuestos volátiles de escape. Son muy significativos los ensayos de grupos de probandos, especialmente, en el caso de productos micronizados.

Gracias a las características organolépticas muy buenas los productos micronizados descritos, acordes a la invención, son muy adecuados para material portante o abrasivo para dentífricos o aplicaciones cosméticas, por ejemplo, lápiz de labios, rouge, sombra y cremas, por ejemplo, cremas para manos o para el rostro.

La invención se detalla a partir de ejemplos de trabajo.

Ejemplos de trabajo

A) obtención de los productos de polimerización

El etileno fue polimerizado en presencia del regulador del peso molecular respectivo (ejemplos 1 a 18) en un autoclave de alta presión, como el descrito en la literatura (M. Buback *et al.*, Chem. Ing. Tech. 1994, 66, 510). Para ello se suministran los monómeros o la mezcla de monómeros agregados al tert.-butilperóxido y tert.-butilperoxipivalato utilizado como disparador, así como el regulador, a una presión de reacción de 1700 bar. En la tabla 1 están indicados las condiciones de polimerización y los datos analíticos de los productos de polimerización obtenidos. En todas las pruebas se ajustaron una temperatura de reacción de 220°C y una presión de reacción de 1700 bar.

TABLA 1

Condiciones de polimerización de los ejemplos 1 - 9 y de los ejemplos de comparación VI V9

Nº	Regulador	Regulador	Etileno	Producto obtenido	r	h	T _{melt}
(sustancia)	[l/h]	[kg/h]	[kg PE/h]	[g/cm ³]	mm ² /s	°C	
1	MEK	2,35	12,2	2,0	0,9350	1080	112,8
2	MEK	2,70	12,1	1,8	0,9345	1880	112,9
3	MEK	2,65	12,0	1,9	0,9332	4110	113,0
4	MIBK	3,65	11,3	2,0	0,9348	870	110,6
5	MIBK	2,85	11,6	2,0	0,9344	1930	112,0
6	MIBK	2,15	12,2	1,9	0,9344	6530	112,0
7	Acetona	3,25	12,0	2,2	0,9340	1180	112,3
8	Acetona	2,70	12,3	2,2	0,9339	1830	112,9

ES 2 334 769 T3

9	Acetona	2,10	12,1	2,0	0,9328	4530	112,8
V1	PA	0,34	11,6	1,5	0,9414	850	113,7
V2	PA	0,24	11,4	1,5	0,9379	2070	113,6
V3	PA	0,20	11,1	1,7	0,9372	4390	114,5
V4	IVA	0,45	11,7	1,5	0,9256	4980	110,5
V5	IVA	0,38	12,1	1,6	0,9245	2110	109,6
V6	IVA	0,34	12,1	1,7	0,9254	4320	110,5
V7	C7	5,80	12,1	2,2	0,9256	4980	110,5
V8	C7	7,60	12,4	2,4	0,9245	2110	109,6
V9	C7	6,25	12,4	2,3	0,9254	4320	110,5

Abreviaturas utilizadas: MEK metiletilcetona, MIBK metilisobutilcetona, PA: propionaldehído, IVA: isovaleraldehído, C7 : n-heptano; PE: cera de polietileno.

B) Prueba organoléptica de los productos de polimerización

Para la prueba de las ceras de los ejemplos anteriores, 1 a 9 y V1 a V9, las muestras fueron presentadas, respectivamente, a dos grupos de probandos. El equipo de probandos 1 estaba conformado por 23 personas sin formación previa especial. El equipo de probandos 2 estaba conformado por 12 personas, que realizaron pruebas profesionales de aroma y sabor. Las calificación se llevó a cabo, respectivamente, con notas (1: muy bueno, 2: bueno, 3: satisfactorio, 4: suficiente, 5 no satisfactorio) y se encuentra en la tabla 2.

TABLA 2

Prueba organoléptica

Muestra	Equipo de probandos 1	Equipo de probandos 2	Regulador utilizado
1	1	1	MEK
2	1	1-2	MEK
4	1-2	2	MIBK
5	2	1	MIBK
7	2	2	Acetona
8	2-3	2-3	Acetona
V1	3, 5	5	PA
V2	4	4	PA
V4	3	3, 5	IVA
V5	4	3, 5	IVA
V7	3-4	3-4	C7
V8	3-4	3	C7

ES 2 334 769 T3

Las muestras descritas 1 a 9 y V1 a V9 fueron incorporadas en geles de peeling, y se obtuvo, acorde a un procedimiento estándar, un lápiz de labios (en calor, es decir, fundiendo la cera). Los geles de peeling, obtenidos utilizando las muestras descritas 1 a 9, fueron notablemente superiores a los geles de peeling de comparación en lo que respecta al aroma, asimismo, los geles de peeling 1 y 2 tuvieron el mejor resultado.

C) Ejemplos de aplicación

C.1 Ejemplo de la formulación de un gel de peeling

	% en peso	Componente
	0,5	Acetato de vitamina E
	3,0	Cremophor RH 410
	15,0	Etanol
	0,01	Uvinul® D 50
	3,0	D-Panthenol USP
	0,85	Neutrol® TE
	60,0	Carbopol® 940 (al 1%)
	5,0	Cera de polietileno del experimento 1

El gel de peeling descrito fue calificado por los equipos de probandos con las notas 1-2. Un gel de peeling obtenido de manera análoga, en el cual se utilizó la cera de polietileno del experimento V1, fue calificado por los equipos de probandos con las notas 4 y 5.

C.2 Ejemplo de la formulación de un lápiz de labios

En los lápices de labios, obtenidos utilizando las muestras 1 a 9, el perfumado fue notablemente más efectivo que en las muestras de comparación, obtenidas utilizando las muestras V1 a V9.

Lápiz de labios: Los componentes fueron mezclados en calor, es decir, fundiendo los componentes de cera.

	% en peso	Componente
	3,0	Cera de carnauba
	4,0	Cera de candelila
	2,0	Cera de abeja
	7,0	Cera microcristalina (cera de parafina) con un punto de fusión de 52-54°C
	1,5	Cetilpalmitato
	6,0	Petróleo blanco (Petrolatum White)
	4,0	Cera de lanolina
	11,0	Cetariolcanoatos
	2,0	Polietileno
	0,2	Bisabolol
	6,0	Coco-glicéridos hidrogenados
	2,0	Acetato de tocoferil
	0,5	Tocoferol
	50,8	Aceite de castor

ES 2 334 769 T3

C.3. Ejemplo de formulación de crema para manos

Producto de higiene para manos con elementos de fricción (todas las indicaciones de valores en porcentaje en peso):

Granulado de Sulfofon® HC	13,70
Glucopon® 650 EC	1,00
Dehyton® K	1,2
Texapon® NSO	1,00
Comperlan® KD	0,50
Tiza	32,40
Cera de polietileno.	8,10
Sosa	0,90
Edenor® HT 35	1,10
NaOH (al 50 %)	0,30
Acido cítrico	3,00
Aceite perfumado	0,30
Agua desmineralizada	Hasta completar 100
Valor de pH: 5,5-6,0	

Se fabricaron diferentes artículos de higiene para manos con las muestras de cera de polietileno 1, 4, 5, V1 y V9 y fueron evaluadas por los equipos de probandos del siguiente modo:

Cera utilizada	Equipo de probandos 1	Equipo de probandos 2
1	1-2	1
4	3	3
5	3	3-4
V1	4-5	5
V9	5	5

D) Fabricación y prueba organoléptica de los productos micronizados

Los productos de polimerización obtenidos en A) se micronizaron a continuación en la polimerización. La micronización se llevó a cabo, respectivamente, en un molino de chorro de aire de la empresa Micro-Macinazione, tipo Chrispro-Jetmill MC 100, a un tamaño de partículas de 10 μm (mediano). Se obtuvieron productos micronizados.

Para la prueba de las ceras de los ejemplos anteriores, 1 a 9 y V1 a V9, las muestras fueron presentadas a los equipos de probandos de A). La calificación se encuentra en la tabla 3.

ES 2 334 769 T3

TABLA 3

Prueba organoléptica de los productos micronizados

Muestra	Equipo de probandos 1	Equipo de probandos 2	Regulador utilizado
1	1	1	MEK
2	1	1-2	MEK
4	1-2	2	MIBK
5	2	1	MIBK
7	2	2	Acetona
8	2-3	2-3	Acetona
V1	3,5	5	PA
V2	4	4	PA
V4	3	3,5	IVA
V5	4	3,5	IVA
V7	3-4	3-4	C7
V8	3-4	3	C7

Las muestras descritas 1 a 9 y V1 a V9 fueron incorporadas en dentífricos, y se obtuvo, acorde a un procedimiento estándar, un jabón cosmético. Los dentífricos, obtenidos utilizando las muestras descritas 1 a 9, fueron notablemente superiores a los geles de peeling de comparación en lo que respecta al aroma, asimismo, los dentífricos 1 y 2 tuvieron el mejor resultado.

Formulación de un dentífrico

Componentes (indicaciones en % en peso) (denominación INCI)	Ejemplo A	Ejemplo B
Agua	39,7	39,7
Sorbitol	35,0	35,0
Silicagel que contiene agua	0,0	0,0
Luvitol® PE 10 M	20,0	20,0
Carboximetilcelulosa de sodio	1,6	1,6
Sacarina	0,2	0, 2
TiO ₂	0,5	0,5
Monofluorofosfato de sodio	1,0	1,0
Aceite aromático	0,5	0,5
Silicagel	1,5	1,5

ES 2 334 769 T3

Todos los componentes se homogeneizaron a temperatura ambiente.

El ejemplo A fue obtenido utilizando cera micronizada, muestra 1, el ejemplo B, utilizando la muestra V2. Mientras que el dentífrico (ejemplo A) emanaba un aroma refrescante, el dentífrico del ejemplo B presentaba un componente aromático que varios miembros del equipo de probandos 1 consideraron extremadamente desagradable.

En los lápices de labios, obtenidos utilizando las muestras 1 a 9, el perfumado fue notablemente más efectivo que en las muestras de comparación, obtenidas utilizando las muestras V1 a V9.

10 *Ejemplo de la formulación de un lápiz de labios*

Lápiz de labios

	% en peso	Componente
15	3,0	Cera de carnauba
	4,0	Cera de candelila
20	2,0	Cera de abeja
	7,0	Cera microcristalina (cera de parafina) con un punto de fusión de 52-54°C
	1,5	Cetilpalmitato
25	6,0	Petróleo blanco (Petrolatum White)
	4,0	Cera de lanolina
30	11,0	Cetariloctanoatos
	2,0	Polietileno micronizado
	0,2	Bisalbolol
35	6,0	Coco-glicéridos hidrogenados
	2,0	Acetato de tocoferil
40	0,5	Tocoferol
	50,8	Aceite de castor

Las ceras de polietileno obtenidas con cetonas, especialmente, con metiletilcetona o ciclohexanona como regulador, también se adecuan para geles de peeling inodoros. Ejemplo de la formulación de un gel de peeling.

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Preparados cosméticos que contienen 0,5 a 20% en peso de ceras de polietileno, obtenidas por (co)polimerización de etileno, a presiones de 400 a 4000 bar y a temperaturas en el rango de 180 a 350°C, utilizando uno o múltiples cetonas alifáticas o alicíclicas como reguladores del peso molecular.
- 10 2. Preparados cosméticos acorde a la reivindicación 1, que contienen ceras de polietileno con un peso molecular máximo Mw de 40.000 g.
- 15 3. Preparados de la cosmética decorativa, seleccionados entre lápices de labios, polvos para el rostro, rubor, sombras, delineadores de ojos, bases, preparados de maquillaje, máscara de pestañas y delineadores para cejas, acordes a las reivindicaciones 1 y 2.
- 20 4. Preparados cosméticos para el cuidado y la higiene cosméticos, seleccionados entre lociones de limpieza, cremas para manos, pastas para lavar manos, productos de higiene para la piel, productos para la higiene íntima, productos para la higiene de pies, productos de protección solar, repelentes, productos para el afeitado, productos para eliminar vello, productos antiacné, maquillaje, productos para el cuidado de uñas, lápices delineadores, jabones, syndets, preparados líquidos para el lavado, la ducha y el baño, cremas frías (cold creams), productos para el cuidado de la piel, jabones exfoliantes, exfoliantes para rostro, manos o pies, exfoliantes para el cuerpo, geles y lociones, acordes a las reivindicaciones 1 y 2.
- 25 5. Procedimiento para la obtención de preparados cosméticos acorde a las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque se mezcla 0,5 a 20% en peso de ceras de polietileno a 20 a 200°C con otras sustancias, seleccionadas entre sustancias activas, perfumes y aromatizantes, emulsionantes, tensioactivos, materiales portantes sólidos, otras ceras, vitaminas, bases o ácidos, alcoholes y agua.
- 30 6. Procedimiento acorde a la reivindicación 5, **caracterizado** porque se seleccionan sustancias activas entre filtros UV.
- 35 7. Utilización de ceras de polietileno acorde a las reivindicaciones 1 y 2 para preparados cosméticos.
- 40 8. Utilización de ceras de polietileno micronizadas con un diámetro del núcleo (valor medio) de, como máximo, 100 µm, obtenidas por (co)polimerización de etileno en condiciones de alta presión, utilizando una o múltiples cetonas alifáticas o alicíclicas como reguladores del peso molecular y posterior micronización, para preparados cosméticos y como portadores para dentífricos.
- 45 9. Utilización de ceras de polietileno micronizadas con un diámetro del núcleo (valor medio) de, como máximo, 100 µm, obtenidas por (co)polimerización de etileno en condiciones de alta presión, utilizando una o múltiples cetonas alifáticas o alicíclicas como reguladores del peso molecular y posterior micronización, para sombras, lápices de labios o rouge.
- 50 10. Utilización acorde a la reivindicación 8 o 9, **caracterizada** porque las ceras de polietileno micronizadas se obtienen utilizando metiletilcetona o ciclohexanona como regulador del peso molecular.
- 55 11. Utilización acorde a una de las reivindicaciones 8 a 10, **caracterizada** porque las ceras de polietileno micronizadas presentan un peso molecular máximo de 40.000 g.
- 60 12. Utilización acorde a una de las reivindicaciones 8 a 11, **caracterizada** porque las ceras de polietileno micronizadas presentan un diámetro del núcleo máximo de 30 µm.
- 65